

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Lokasi Pengambilan Sampel

Sampel berupa sedimen lumpur yang diambil dari sungai Babon Semarang pada tanggal 5-Oktober-1997 di beberapa stasiun pengamatan. Stasiun pengamatan ditentukan berdasarkan pertimbangan terwakilinya gambaran keadaan perairan sungai terutama berkaitan dengan kegiatan pembuangan limbah ke dalam sungai. Jumlah stasiun pengamatan sebanyak 7 titik mulai dari hulu sampai ke muara sungai Babon Semarang.

Stasiun A di Bendung Pucang Gading

Stasiun B di Penggaron Utara

Stasiun C di Jembatan Karang Roto

Stasiun D di Bendungan Karang Roto

Stasiun E di Jembatan Trimulya

Stasiun F di Daerah Industri

Stasiun G di Muara Sungai

Preparasi dilakukan di Laboratorium Air Pusat Reaktor Serba Guna (PRSG) BATAN Serpong. Iradiasi dilakukan di Fasilitas Sistem Rabbit dan pencacahan dilakukan di Laboratorium Fisika Reaktor PRSG BATAN Serpong, Tangerang. Waktu penelitian dari bulan Oktober 1997 sampai dengan bulan April 1998

III.2 Alat dan Bahan

III.2.1 Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini :

Alat yang digunakan untuk preparasi

Oven	: untuk mengeringkan
Timbangan sartorius	: untuk menimbang massa cuplikan dengan ketelitian sampai 5 desimal
Sealer	: untuk merekatkan plastik
Penumbuk	: untuk menghancurkan sedimen
Mikro pipet	: untuk mengukur unsur standar

Fasilitas iradiasi yaitu fasilitas Sistem Rabbit pada Reaktor Serba Guna GA Siwabessy BATAN Serpong pada posisi Sistem Rabbit Hidrolic dengan air sebagai moderator dan pengangkut kapsul iradiasi.

Alat untuk pencacahan

Rangkaian piranti pencacahan yang digunakan membentuk satu sistem spektrometri gamma

- Detektor HPGe

Model	: Cpv D 530-23190
Merek	: Temmelec
Efisiensi relatif	: 23 %
122 keV FWHM	: 925 eV – 1.90 keV
FWTM/MWHM	: 1.95
Nisbah puncak/compton	: 50:1

- Sumber tegangan tinggi

Model	: TC-950
Merek	: Tennelec
Keluaran tegangan	: 0-5 kV dan 0-500 V
Keluaran arus	: 0-100 mA
Derau dan ripple	: 10 mV pada 5 Hz – 50 MHz
Polaritas	: + dan –
Ketidakteilitian (inaccurasi)	: $\pm 1\%$ skala penuh

- Penguat awal (pre-amplifier)

Model	: TC-174
Merek	: Tennelec
MV/pasangan ion	: 0,16
V/PC	: 1.0
E _{max}	: > 200 MeV (Si)
Impedansi masukan	: 500 Ω
Polaritas	: + dan –
Ketidaklinearan (non linearity)	: $\pm 1\%$ skala penuh
shaping time 2 μ s	: 0.05% untuk 0-10 V
	: 0.02% untuk 0- 7 V
Kapasitansi masukan	: 10 kpF

- Penguat (amplifier)

Model	: TC-244
Merek	: Tennelec
Penguatan	: $\times 2.5-3000$
Ketidaklinearan	: $\pm 0.04\%$ pada keluaran 0-4 Dengan waktu pincak $4\mu s$
Temperatur operasi	: $0-50\text{ }^{\circ}\text{C}$
Derau	: 4.5 mVrms pada penguatan $1000\times$; 4.0 mVrms pada penguatan $100\times$
Koreksi waktu hidup	: $0-10\%$ pada puncak
Pile-up inspektor resolving time	: 250 ns
Pole zero	: fine, coarse
Waktu puncak	: $0.5-0.75-2-3-8-12\text{ }\mu s$

- Kartu PCA II

Memori	: 8192 saluran memori akuisisi
Kapasitas	: 1677, 215 cacah/saluran
ADC	: 8192 saluran, 100 Mhz clock

III.2.2 Bahan

Cuplikan sedimen yang diambil dari sungai Babon Semarang

Plastik polyethilen dengan ketebalan 0.1 mm

Aseton dengan kadar 70%

Aluminium foil dengan ketebalan 0.1 mm

Larutan standar Cr, Fe, Hg dengan konsentrasi 1 gr/lit

Kertas saring Merk Whatman (No : 42)

Nitrogen cair 77 K

III.3 Metoda Pengambilan Sampel

Contoh sedimen diambil pada setiap stasiun pengamatan, pada endapan bagian atas sampai kedalaman kurang lebih 15 cm karena dimungkinkan logam-logam tersebut mengendap sampai kedalaman 15 cm. Kemudian sampel dimasukkan dalam plastik yang sudah dicuci dengan aseton.

III.4 Metoda Preparasi

Preparasi dilakukan di Laboratorium Air PRSG BATAN Serpong. Sedimen lumpur yang masih basah ditimbang terlebih dahulu untuk mengetahui berat sedimen basah. Setelah ditimbang sedimen dijemur sampai kering, kemudian dimasukkan dalam oven pada suhu 100° C selama 72 jam (Robinson & Dyer, 1964). Setelah kering sedimen ditimbang lagi untuk mengetahui berat sedimen kering. Kemudian sedimen

dihancurkan sampai berbentuk bubuk. Sedimen halus diambil 20-40 miligram dimasukkan dalam plastik yang sudah dicuci dengan aseton dan dibungkus dengan aluminium foil dimasukkan dalam kapsul polyetilen bersama-sama dengan cuplikan standar. Larutan standar yang digunakan larutan Cr, Fe, dan Hg dengan konsentrasi 1 gram/liter. Larutan standar diambil beberapa mikro liter dengan mikropipet dan dimasukkan dalam kertas saring dan dibungkus plastik dan aluminium foil.

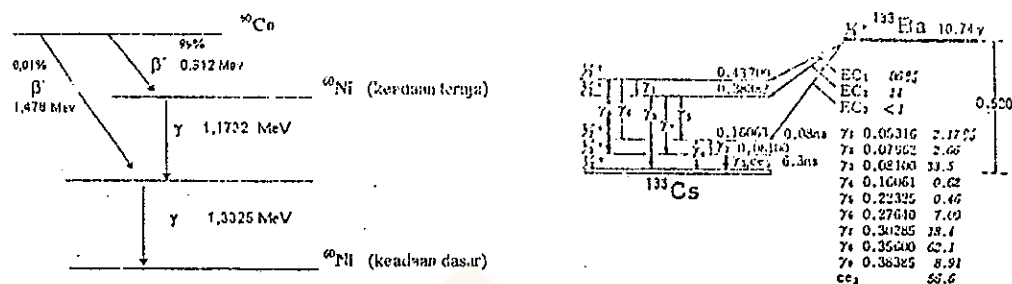
III.5 Metoda Aktivasi

Supaya tidak terkontaminasi oleh lingkungan, cuplikan dibungkus dengan pembungkus kantung plastik rangkap yang disegel semua sisinya, kemudian dimasukkan ke dalam kapsul iradiasi kapsul polietilen. Cuplikan diiradiasi bersama-sama dengan cuplikan standar pada kondisi iradiasi yang sama selama 15-40 menit pada fasilitas Reaktor Serba Guna GA Siwabesy pada posisi Rabbit Sistem dengan daya reaktor 15 MW fluks neutron sebesar $3,5 \cdot 10^{14}$ neutron.cm⁻² dt⁻¹ pada neutron thermal dengan energi sebesar 0,025 eV menggunakan air sebagai media pengangkut kapsul iradiasi dan sebagai moderator (Sistem Rabbit Hidrolic) dengan perangkat lunak Symatic 5 (Sunaryadi D, 1997). Bahan bakar yang digunakan pada reaktor ini adalah U-235. Cuplikan yang sudah diiradiasi didinginkan sampai pada waktu yang sesuai (3-7 hari) kemudian dilakukan pencacahan (Wardani, 1995)

III.6 Metoda Pencacahan

Pencacahan dilakukan dengan menggunakan perangkat spektrometer gamma

dengan perangkat lunak Gamma Trac versi 1.21. Sebelum digunakan perangkat spektrometer gamma dikalibrasi terlebih dahulu. Kalibrasi yang dilakukan yaitu kalibrasi tenaga dan kalibrasi efisiensi. Pada penelitian ini kalibrasi yang dilakukan dengan menggunakan sumber standar ^{60}Co , ^{133}Ba , dan ^{137}Cs pada posisi 25 cm.



Gambar III-2 Skema peluruhan unsur standar ^{60}Co , ^{133}Ba dan ^{137}Cs (Overman, 1960)

Tabel III-1 Tenaga sumber standart pemancar gamma ^{133}Ba , ^{137}Cs dan ^{60}Co
(Duggan,1988)

Energi (keV)	Unsur	Kelimpahan (%)	Waktu paro
53,16	^{133}Ba	2,20	10,70 tahun
79,62		2,62	
81,00		34,06	
276,40		7,16	
302,85		18,33	
356,02		62,05	
383,83		8,94	
661,66	^{137}Cs	85,21	30,17 tahun
1173,24	^{60}Co	99,90	5,27 tahun
1332,50		99,98	

III.6.1 Kalibrasi Tenaga

Dengan menggunakan penganalisis salur ganda, maka akan diperoleh bentuk spektrum tenaga dari sumber radioaktif dan setiap tenaga pemancar radiasi gamma akan memberikan puncaknya sesuai dengan besar radiasi tenaga gamma yang dipancarkan dari sumbernya. Pulsa-pulsa yang dihasilkan oleh detektor dipertinggi dengan menggunakan penguat. Tinggi pulsa yang dihasilkan setara dengan tenaga sinar gamma yang mengenai detektor. Cacah-cacah pulsa yang mempunyai tinggi sama dicatat dalam suatu salur dengan nomor tertentu. dengan demikian nomor salur penganalisis salur ganda juga sebanding dengan tenaga sinar gamma. Sumber standart setelah dicacah hasilnya dibuat plot tenaga sinar gamma standart dengan

nomor salur puncak serapan total masing-masing tenaga yang berupa garis lurus. Plot tersebut disebut kurva kalibrasi tenaga, bila dinyatakan secara matematis dalam suatu persamaan garis yang mempunyai bentuk umum :

$$Y = aX + b \quad (\text{III-1})$$

Dengan X adalah nomor salur dan Y adalah tenaga sinar gamma.

Metoda yang dipakai dalam pengolahan data kalibrasi untuk menunjukkan hubungan linearitas antara tenaga dan nomor salur adalah dengan metoda regresi linier.

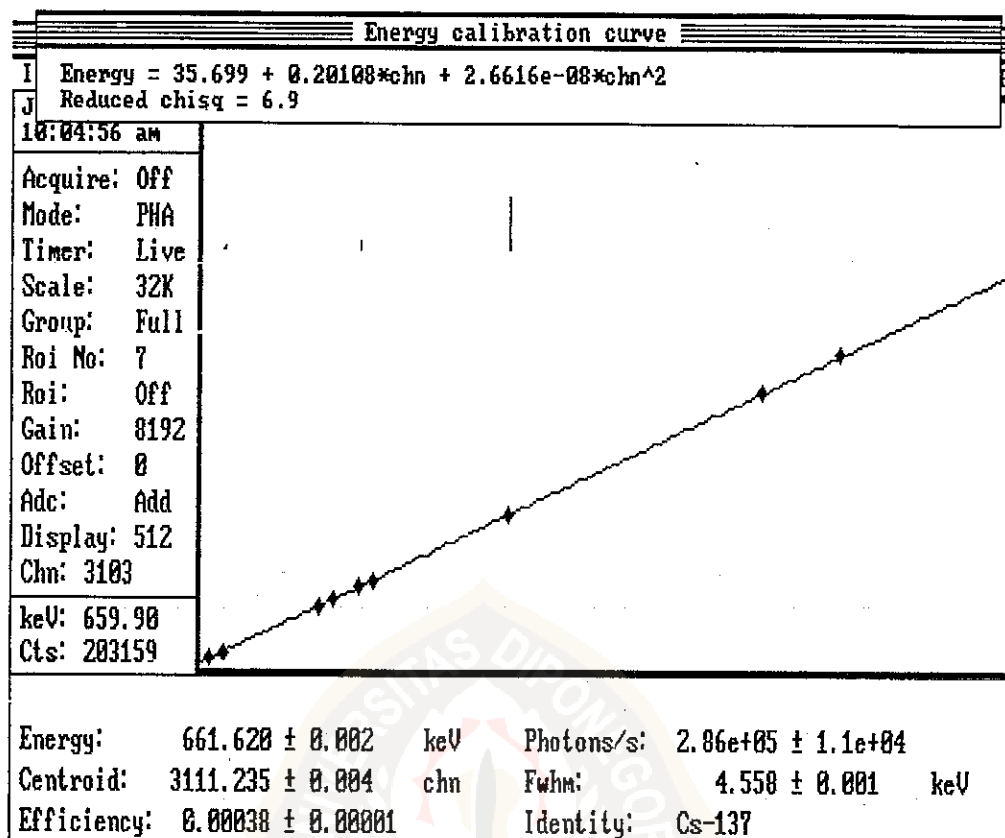
Untuk pengukuran 1 hingga n puncak sinar gamma, dengan metoda ini dapat ditentukan harga slope a dan intercep b, yaitu :

$$a = \frac{\sum X_i Y_i - \frac{\sum X_i \sum Y_i}{n}}{\sum X_i^2 - \frac{(\sum X_i)^2}{n}} \quad (\text{III-2})$$

$$b = \frac{\sum Y_i}{n} - a \frac{\sum X_i}{n} \quad (\text{III-3})$$

Pada penelitian ini didapatkan persamaan kalibrasi tenaga :

$$Y = 35,699 + 0,20108X \quad (\text{III-4})$$



Gambar III-3 Kurva kalibrasi tenaga dengan sumber standart ^{133}Ba , ^{137}Cs dan ^{60}Co pada posisi 25 cm

III.6.2 Kalibrasi efisiensi

Suatu sumber radioaktif selalu memancarkan sinar radioaktif ke segala arah. Puncak spektrum yang dihasilkan detektor akibat radiasi tidak peka terhadap radiasi hambur dan latar belakang.

Dalam spektrometer gamma laju cacah dinyatakan dalam satuan cps (cacah per second). Harga cacah ini tidak mencerminkan aktivitas sesungguhnya dari sumber dan bergantung pada efisiensi deteksi dan intensitas mutlak (Y) dengan

tenaga sinar gamma yang diukur. Harga laju cacah ini didapatkan dengan jalan menentukan luas puncak serapan total suatu puncak sinar gamma dan membaginya dengan waktu pencacahan.

$$cps = \frac{\text{luas..puncak..serapan..total..(cacah)}}{\text{waktu..pencacahan}}$$

(III-5)

Efisiensi deteksi didapatkan dengan persamaan

$$\varepsilon(E) = \frac{cps}{dps.Y(E)} \times 100\%$$

(III-6)

Dengan cps = laju cacah (counting per second)

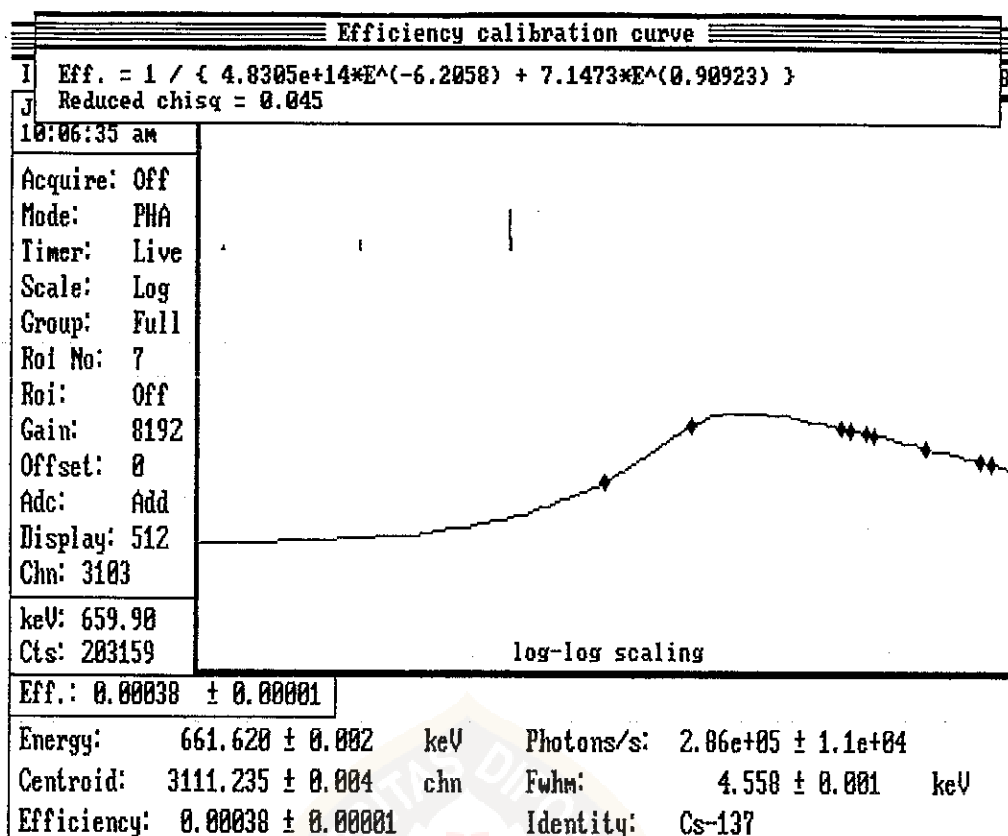
dps = disintegrasi per detik

Y(E) = intensitas mutlak dalam % (kelimpahan gamma/yield)

Pada penelitian ini didapat kalibrasi efisiensi :

$$\varepsilon(E) = \frac{1}{\{(4,8305 \text{ e})^{14} \times E^{-6,2056} + 7,1473 \times E^{0,90923}\}}$$

(III-7)



Gambar III-4 Kurva kalibrasi efisiensi dengan sumber standart ^{133}Ba , ^{137}Cs dan ^{60}Co pada posisi 25 cm

Sebelum melakukan analisis spektrum dari sumber yang akan dicacah terlebih dahulu harus dilakukan pencacahan radiasi latar belakang. Hal ini untuk meyakinkan spektrum terbebas dari spektrum latar belakang dengan melakukan pengamatan dan identifikasi isotop latar belakang. Pencacahan latar harus cukup lama. Hasil identifikasi biasanya menunjukkan bahwa cacah latar belakang ditimbulkan isotop-isotop yang biasa terdapat di lingkungan sekitar ruang cacah yang dapat terdeteksi oleh alat yang dipakai atau berasal dari radioaktif alam.

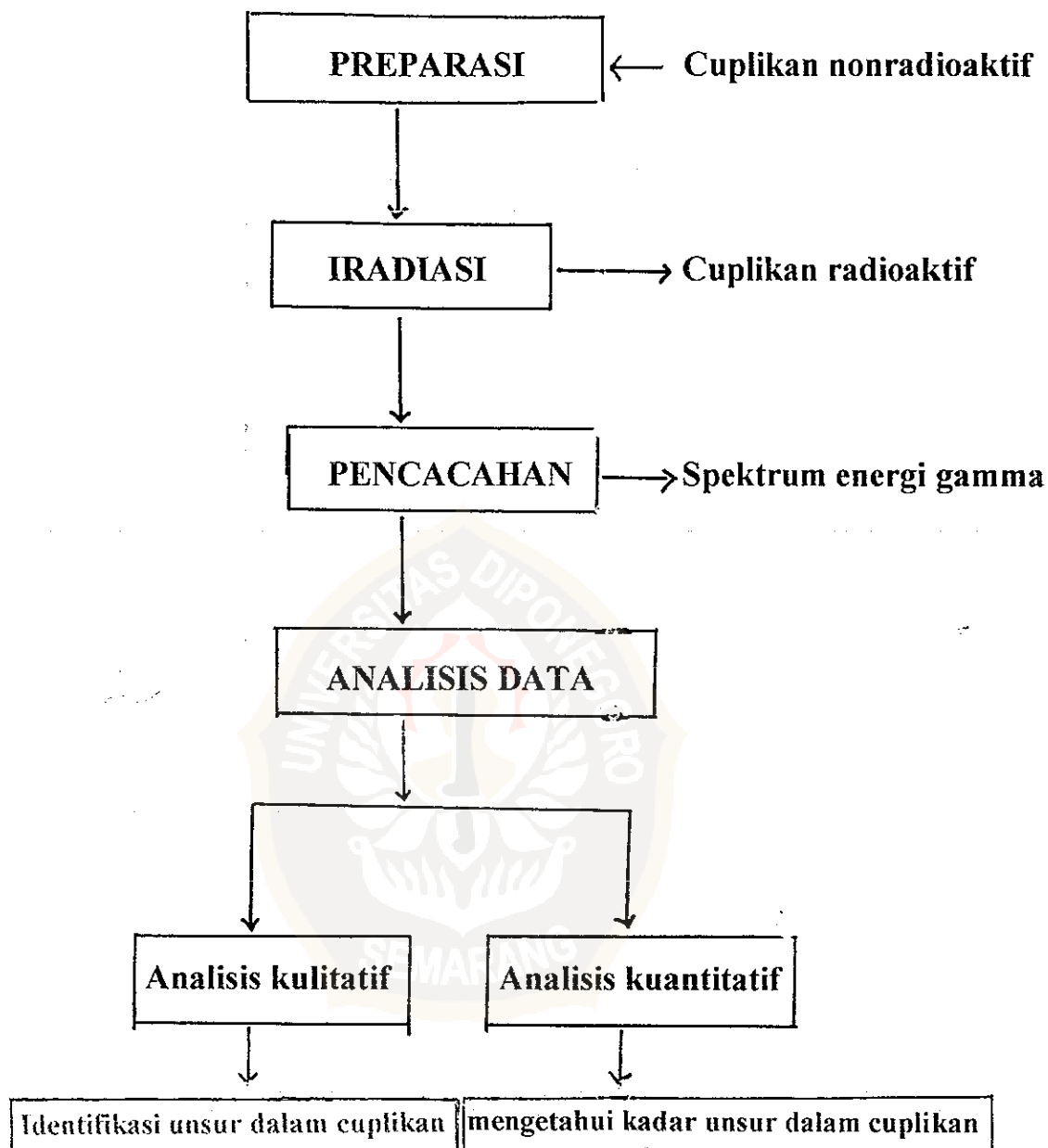
Setelah kalibrasi dianggap cukup dilakukan pencacahan unsur standar dan pencacahan cuplikan sedimen. Pencacahan dilakukan pada waktu mati (dead time)

kurang dari 10%. Untuk cuplikan dengan aktivitas tinggi jarak cuplikan harus cukup jauh. Jangka waktu pencacahan diatur sedemikian rupa sehingga puncak-puncak spektrum nuklida yang diperhatikan telah mempunyai jumlah cacah yang cukup (Skoog, 1971).

III.6 Analisis Data

Pada penelitian yang dilakukan analisis data berupa analisis kualitatif dan kuantitatif. Analisis kualitatif akan di dapat unsur-unsur yang terdapat dalam cuplikan sedimen sungai Babon Semarang beserta tenaga dari masing-masing unsur tersebut dengan mengacu pada tabel Erdtmann. Sedangkan pada analisis kuantitatif dilakukan secara nisbi (relatif) dan secara mutlak.

Penentuan secara mutlak menggunakan persamaan (II-8) dan (II-9). Penentuan secara nisbi menggunakan larutan standar yang diiradiasi secara bersama-sama dalam satu wadah dengan cuplikan uji. Unsur-unsur yang akan dihitung kadarnya yaitu unsur-unsur yang merupakan logam berat. Dalam penelitian ini logam berat yang dihitung konsentrasinya adalah Cr-51, Fe-59 dan Hg-197 karena terbatasnya larutan standar. Dengan membandingkan aktivitas unsur dalam cuplikan dan aktivitas standar maka kadar unsur dalam cuplikan tersebut dapat dihitung dengan menggunakan persamaan (II-11).



GAMBAR III-5 DIAGRAM PROSES APN